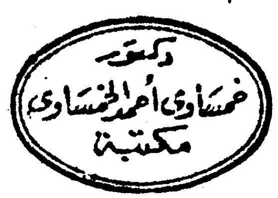
دكتور
خمساوى أحمد الخمساوى

أسس تحليل وتقييم الأعلاف



كراسة العملى الأولى

الإسم : ________________________

الشعبة : __________ المجموعة __________



عزبة النخل — القاهرة

الطبعة الاولى ١٩٩١/٩٠

رقم الايداع
بدار الكتب والوثائق المصرية
١٩٩٠ / ٨٤١٠

التمرين العملي الأول

الميزان الحساس وأدوات المعمل

(١) من دراستك للميزان الحساس المعروض امامك تعرف على الاجزاء المختلفة فيه ثم ارسم الميزان موضحا عليه الاجزاء الهامة .

(٢) ما هي خطوات ضبط الميزان و اعداده للعمل ؟

(٣) ما هي العوامل التي تؤثر على الميزان الحساس و تؤدي الى الاخطاء ؟

(٤) زن كل من زجاجة الساعة ، علبة الرطوبة ، بوتقة الاحتراق الخاصة بك بعد غسلها و تجفيفها و دون نتائجك :

زجاجة الساعة

الركاب		كسور الجرام		الجرامات		
				و		
				و		

علبة الرطوبة

بوتقة الاحتراق

(٥) تعرف على الادوات الزجاجية التى أمامك ، وكيفية استخدامها وفيما تستعمل وطريقة غسلها وتجفيفها والاخطاء التى تصاحب العمل بها ، وكيفية التغلب عليها .

(٦) اغسل ادواتك جيدا ، وذلك بماء الصنبور ثم بالماء المقطـــر وجففها واحتفظ بها نظيفة جافة دائما .

التمرين العملي الثاني

تحضير المحاليل القياسية

اولا : تحضير محلول قياسي اولي من كربونات الصوديوم :

المطلوب : من مادة كربونات الصوديوم التي امامك حضر محلول ١ر٠ عياري

خطوات العمل :

(١) احسب الوزن المكافئ لكربونات الصوديوم :

المكافئ = المول / ٢ = ١٠٦ / ٢ = ٥٣ جم

(٢) خذ كمية من كربونات الصوديوم اللامائية النقية (حوالي ٣ جم) وضعها في بوتقة نظيفة و سخنها في فرن على درجة ٣٠٠ °م لمدة ساعة ، للتخلص من الرطوبة و ماء التبلور ان وجدت وكذلك التخلص من احتمال وجود البيكربونات .

(٣) ضع البوتقة ، و ما بها من كربونات الصوديوم في مجفف واتركها حتى تبرد .

(٤) زن من كربونات الصوديوم التي سبق تسخينها وزنة مقدارها ٥٣ر٠ جم بالضبط في زجاجة ساعة .

(٥) انقل كربونات الصوديوم نقلا كميـــا بالماء المقطر الى دورق معياري سعة ١٠٠ مل مستخدما قمعا و دورق غسيل .

(٦) رج جيدا حتى تمام ذوبان كربونات الصوديوم ، ثم اكمل للعلامة بالماء المقطر .

(٧) اقفل الدورق بغطائه ورجه ٥ مرات بتنكيسه ثم اعدله .

<u>يكون هذا المحلول محلولا قياسيا اوليا من كربونات الصوديوم قوته عشر عيارى</u>

ثانيا : تحضير محلول قياسى ثانوى :

المطلوب : امامك محلول ايدروكلوريك مخفف فيه ٤٫٥ مل من الحمض المركز الذى قوته التقريبية حوالى ١٢ عيارى ، والمطلوب معرفة قوته المضبوطة وعمل محلول ١٫٠ عيارى منه وذلك باستخدام محلول قياسى اولى من كربونات الصوديوم .

خطوات العمل :

(١) احسب عيارية المحلول المعطى لك بالتقريب كالاتى :

ح١ × ق١ = ح٢ × ق٢ اى ان ٤٫٥ × ١٢ = ٥٠٠ × ق٢

اذن قوة المحلول التقريبية = (٤٫٥ × ١٢) / ٥٠٠ = ١١٫٠ عيارى

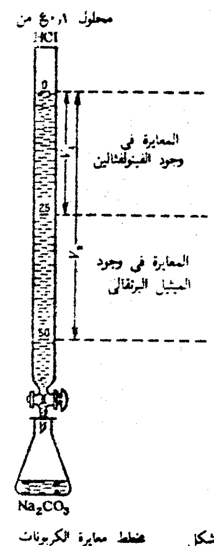
(٢) اغسل السحاحة جيدا كما عرفت ، ثم اغسلها بكمية قليلة بمحلول الحمض ثم املأ السحاحة بمحلول الحمض وضعها فى الحامل واضبطها على صفر التدريج (مع ملاحظة عدم اعادة الجزء من الحمض اثناء ضبط

صفر التدريج على السحاحة الى زجاجة المحلول لان ذلك يغير من قوتها و يفسد العمـــــل)

(٣) اغسل ماصة نقل كما عرفت ، ثم خذ ١٠ مل من المحلول القياسي الاولى (١ر٠ عيارى) من كربونات الصوديوم السابق تحضيره فى التجربة السابقة وانقلها الى دورق مخروطى ١٠٠ مل نظيف ٠

(٤) ضع على محلول كربونات الصوديوم نقطتين من دليل الفينول فيثالين ، لاحظ تكون لون قرنفلى ٠

(٥) ضعه تحت السحاحة و نقط عليه من الحمض حتى زوال اللون ، سخن محتويات الدورق المخروطى حتى تصاعد فقاقيع ثانى اكسـيد الكربون المتكون — تلاحظ عودة اللون مرة اخرى ٠



شكل مخطط معايرة الكربونات بحمض الهيدروكلوريك فى وجود كل من الفينولفثالين والميثيل البرتقالى

(٦) اعد الدورق تحت السحاحة واكمل عملية المعايرة حـتى زوال اللون تماما ، و دون قراءتك ٠

(٧) ضع على المحلول داخل الدورق نقطتين من دليل الميثيل البرتقالى لاحظ اللون الاصفر المتكون ٠

(٨) ضع الدورق المخروطى مرة اخرى تحت السحاحة و اكمل المعايرة حتى يتكون لون برتقالى غامق او بصلى و دون نتائجك فـى جدول

كرر التجربة ثلاث مرات و دون نتائجك فى جدول كالاتى ؟

قراءة السحاحة		الحجم المستخدم	الدليل
من	الى		
المتوسط			
المتوسط			
المتوسط العام			

(١٠) احسب متوسط حجم المحلول القياسى الثانوى المستخدم فى المعايرة كلها ، و منه احسب قوته .

(١١) احسب قوة الحمض ، حيث ق × ح = ق̄ × ح̄

(١٢) احسب كم مل من هذا المحلول يمكن وضعها فى دورق معيارى ١ لتر ، واكماله بالماء المقطر الى العلامة للحصول على محلول قوته ١ر٠ عيارى بالضبط .

مثال
====

عند تحضير محلول قياسى اولى من فاثيلات البوتاسيوم الحامضية النقية $C_6H_4COOHCOOK$ اخذت وزنة مقدارها ١٠٥٥ر٥ جم منها حضر منها محلول حجمه ٢٥٠ مل ، احسب عيارية المحلول .

الحـــل :
=======

الوزن الجزيئى لفاثيلات البوتاسيوم الحامضية (المول) = ٢٠٤ر١٢

المكافئ للفاثيلات

$$= \frac{\text{المول}}{١} = ٢٠٤ر١٢ \text{ جم}$$

$$\text{عيارية المحلول} = \frac{\text{الوزن المذاب فى المحلول} \times ١٠٠٠}{\text{حجم المحلول} \times \text{المكافئ}}$$

$$\text{عيارية المحلول} = \frac{١٠٥٥ر٠ \times ١٠٠٠}{٢٥٠ \times ٢٠٤ر١٢} = ٠ر١$$

مثـــال

=====

عند ضبط عيارية محلول من HCl وجد ان ١٠ مل منه تعادل ١٢ مل من محلول حمض الايدروكلوريك الذى يعادل ٨٠ مل منه وزنه مباشرة من كربونات الصوديوم النقية مقدارها ٤٢٤ ميللجرام ، فما هى عيارية كل من الحمض و القلوى ٠

الحـــــل :

========

بما ان الوزن المكافىء من الكربونات يعادل الوزن المكافىء من الحمض
اذن ٥٣ جم تعادل ٣٦ر٥ جم من الحمض
اى ان كمية الحمض التى تعادل وزن الكربونات فى هذا المثال

$$= \frac{٠ر٤٢٤ \times ٣٦ر٥}{٥٣} = ٢٩٢ \text{ ملجم}$$

$$\text{عيارية الحمض} = \frac{\text{الوزن المذاب} \times ١٠٠٠}{\text{حجم المحلول} \times \text{المكـــــافىء}}$$

$$= \frac{٠ر٢٩٢ \times ١٠٠٠}{٣٦ر٥ \times ٨٠} = ٠ر١ \text{ عيارى}$$

بما ان ح × ق = ح̄ × ق̄

اذن ١٢ × ١ر٠ = ١٠ × ق

اذن عيارية القلوى = (١٢ × ١ر٠) / ١٠ = ١٢ر٠ عيارى

مسائل

(١) وزنة من كربونات الصوديوم النقية مقدارها ٦ر١٠ جم كون منها محلول حجمه ٥٠٠ مل ، احسب الحجم من محلول حمض كبريتيك عياريته ١ر٠ عيارى تلزم لمعايرة ١٠ مل من هذا المحلول .

(٢) كربونات صوديوم تجارية ، اخذت منها وزنة مقدارها ١٠ جم عمل منها محلول حجمه ٢٥٠ مل ، وتم معايرة ١٠ مل منه بواسطة ١٧ مل من محلول ايدروكلوريك ٤ر٠ عيارى ، احسب نسبة الشوائب والرطوبة المئوية فيها .

(٣) كربونات صوديوم يعتقد ان بها نسبة من بيكربونات الصوديوم ، اخذ منها وزنه ٥٣ر٠ جم ، عمل منها محلول حجمه ١٠٠ مل ووجد ان ١٠ مل من هذا المحلول تحتاج الى ٤ مل من محلول حمض كبريتيك ١ر٠ عيارى باستعمال دليل الفينول فيثالين حتى تمام زوال اللون ، احسب نسبة البيكربونات فى الكربونات ، وكذلك احسب الحجم اللازم من هذا الحمض لكى يعادل ١٠ مل من ذلك المحلول

باستعمال دليل الميثيل البرتقالى حتى الحصول على اللون البرتقالى ٠

(٤) عند ضبط محلول الصودا الكاوية لزم لمعايرة ١٠ مل منه حجما من محلول الفائيلات الحامضية البوتاسيوم مقداره ١٣٫٥ مل وذلك المحلول الاخير مكون من ٣٫١ جرام من الفائيلات فى ١٠٠ مل من المحلول ٠

(٥) احسب قوة حمض الاكساليك الذى يعادل ٢٠ مل من محلوله حجما مقداره ١٥ مل من الصودا الكاوية التى سبق ضبطها بحمض ايدروكلوريك فلزم لمعايرة ١٠ مل منها ١٢ مل من الحمض العشر عيارى بالضبط ٠

==================

حل المســــــائل

التمرين العملى الثالث

تحضير مستخلص الرماد لتقدير الكالسيوم

خطوات العمل

(١) توزن عينة من مادة العلف (او المادة العضوية بصفة عامة) حوالى ٢ جم و يعرف وزنها بالضبط و ذلك فى بوتقة احتراق ذات غطاء نظيفة جافة معروفة الوزن .

(٢) تحرق العينة مبدئيا على موقد بنزن مع ملاحظة عدم اشتعالها باللهب مباشرة و تتم عملية الحرق المبدئى حتى تتحول المادة الى اللون الاسود او الاحمر .

(٣) توضع البوتقة بالعينة فى فرن احتراق على درجة ٦٠٠ درجة مئوية لمدة ٨ ساعات ثم تترك لتبرد .

(٤) ينقل الرماد الى جفنة واسعة و تغطى بزجاجة ساعة ، و يوضع فى الجفنة ٥٠ مل من حمض الايدروكلوريك المركز على حسب كمية المادة المعدنية فى البوتقة .

(٥) عند انتهاء التفاعل تغسل زجاجة الساعة جيدا بالماء المقطر وكذلك جوانب الجفنة ثم تغلى لمدة ٥ دقائق .

(٦) يبخر المحلول للجفاف بقدر ما يمكن و بسرعة على حمام رملى بانتظام مع ملاحظة تنعيم الكتلة الناتجة ، ثم توضع فى فرن التجفيف لمدة ساعة ثم

تبرد الجفنــــة ٠

(٧) يوضـع ٢٠ مل من حمض الايدروكلوريك المركز للجفنة ، وبعد دقيقة يوضع ٤٠ مل ماء مقطر وتغلى الجفنة ثم توضع على حمام مائى او رملى ٠

(٨) يرشح على ورقة ترشيح ، ويستقبل المترشح فى كأس سعة ٤٠٠ مل

(٩) يوضع ٢٠ مل حمض ايدروكلوريك عيارى فى الجفنة ، ثم يحرك محتوى الجفنه ،ثم تغسل جوانبها بماء ساخن بعد غسلها بحمض الايدروكلوريك الســــابق ٠

(١٠) ينقل الراسب على ورقة ترشيح مستعملا ماء ساخن للغسيل ، و يستمر فى الغسيل على ورقة الترشيح حتى ان نقطة المترشح الاخيرة تكون خالية من الكلوريــــد ٠ (يكشف عنها بواسطة حمض نيتريك + نترات فضة) يتكون راسب فى حالة وجود الكلوريد ٠

(١١) المترشح يكمل فى دورق معيارى الى حجم ٥٠٠ مل و يؤخذ منه الحجم اللازم للتقدير المطلوب اما المادة الغير ذائبة على ورق الترشيح فهى عبارة عن السيلكا و الرمل ٠٠٠ الخ ٠

النتائج

وزن البوتقــة فارغة = جم

وزن البوتقة + العينة = جم

وزن العينــــــة = جم

حجم الدورق المعيارى المستخلص = مل

تركيز العينة فى المستخلص =

ملجم /مل

التمرين العملى الرابع

تحضير مستخلص الرماد لتقدير الفوسفور

خطوات العمل

(١) توزن ١ ــ ٢ جم من المادة العضوية (مادة العلف وغيرها)
في بوتقة أحتراق معلومة الوزن .

(٢) تبلل العينة بحوالى ٥ مل من محلول خلات الكالسيوم ٢٠ ٪
و تجفف فى حمام مائى او رملى و تحرق على درجة ٦٠٠ درجة
مئوية لمدة ٨ ساعات .

(٣) يستخلص الرماد ٣ ــ ٤ مرات بواسطة حمض نيتريك ٢ عيارى
ساخن مع الترشيح ، ويستقبل المترشح فى دورق معيارى سعة
٢٥٠ مل ، ثم تنقل محتويات الجفنة كميا بالماء المقطر
الساخن الى ورقة الترشيح و يستمر الغسيل الى قرب العلامة.
يترك المحلول ليبرد ، ويكمل الدورق للعلامة ، يرج جيدا لتجانس
المحلول .

النتائج

وزن البوتقة فارغة = جم

وزن البوتقة + العينة = جم

وزن العينـــــــــة = جم

حجم الدورق المعيارى للمستخلص = مل

تركيز العينة فى المستخلص =

مجم / مل

التمرين العملى الخامس

تحضير مستخلص الرماد لتقدير الكلوريدات

خطوات العمل

(١) يوزن من ٢ ـ ٣ جم من المادة العضوية (مادة علف او غيرها) فى بوتقة احتراق معلومة الوزن •

(٢) يضاف اليها نفس الوزن من اكسيد الكالسيوم ، ويعجن المخلوط جيدا بقليل من الماء المقطر ويجفف على حمام رملى •

(٣) تحرق العينة فى فرن احتراق على درجة ٦٠٠ درجة مئوية لمدة ٨ ساعات •

(٤) يستخلص الرماد ٣ ـ ٤ مرات بواسطة حمض نيتريك (١ ـ ٤) ساخن مع الترشيح ويستعمل لذلك دورق معيارى ٢٥٠ مل وورق ترشيح •

(٥) تنقل محتويات البوتقة او الجفنة كميا على ورقة الترشيح ، ويستمر الترشيح والغسيل بالماء المقطر الساخن ثم يكمل الدورق للعلامة •

النتائج

وزن البوتقة فارغة = جم

وزن البوتقة + العينـــــة =
جم

حجـم الدورق المعياري المستخدم = مل

تركيز العينة في المستخلص=

____

____

____

ملجم/مل

التمرين العملى السادس

تقدير الكبريت

المطلوب : تقدير الكبريت فى العينة المعطاه لك (مستخلص رماد مادة علف) على صورة حمض كبريتيك .

الفكرة

عند استخلاص رماد العلف فان الكبريت يتحول الى حمض الكبريتيك او املاحه ، يرسب ايون الكبريتات بواسطة زيادة من كلوريد الباريوم المعلوم القوة ، وذلك على صورة كبريتات الباريوم البيضاء كما فى التفاعل التالى

$$Na_2SO_4 + BaCl_2 \longrightarrow BaSO_4 + 2\,NaCl$$
$$\text{and excess } BaCl_2$$

يعاير الزيادة من كلوريد الباريوم بواسطة كرومات البوتاسيوم معلومة القوة فيتكون كرومات الباريوم كما فى المعادلة التالية :

$$BaCl_2 + K_2CrO_4 \longrightarrow BaCrO_4 + 2\,KCl$$

وعند نقطة التعادل (نقطة انتهاء التفاعل) فان الزيادة من الكرومات تعطى لونا اصفرا للمحلول يدل على نهاية التفاعل ، وبمعرفة قوة كرومات البوتاسيوم ومعرفة الحجم العيارى منها يطرح من الحجم العيارى لكلوريد الباريوم المستخدم ومنه نحصل على الحجم العيارى من كلوريد الباريوم الذى

لزم لترسيب ايون الكبريتات .

الحساب

ايون CrO_4^{--} يكافىء ايون SO_4^{--} يحتوى على ذرة كبريت

اذن ١ لتر عيارى من K_2CrO_4 يعادل ١٦ جم كبريت

اذن ١ مل عيارى من K_2CrO_4 يعادل ١٦ ملجم كبريت

خطوات العمل

(١) انقل العينة كميا الى كأس زجاجى ٢٥٠ مل بكمية مناسبة من الماء المقطر

(٢) سخن الى قرب الغليان ، ثم اضف بالماصة ٤٠ مل من محلول كلوريد الباريوم الذى قوته ( ) انظر على زجاجة المحلول وسجل قوته هنا .

(٣) يضاف كلوريد الباريوم نقطة نقطة مع التقليب المستمر ، لاحظ تكون راسب ابيض .

(٤) سخن المحلول ثانية الى الغليان ثم اتركه حوالى ربع ساعة قرب درجة الغليان على حمام رملى .

(٥) رشح المخلوط ثم اغسل الراسب بالماء المقطر الساخن ، حوالى خمس مرات .

(٦) استقبل المترشح فى دورق مخروطى ٢٥٠ مل ، واضف اليه ١٠ مل

من محلول النشادر ، وتأكد من ان الوسط اصبح قلويـا ، وذلك بنقل نقطة من المحلول على قضيب زجاجي الى بلاطة بيضاء وضع عليها نقطة من دليل الفينول فيثالين واذا لم يظهر اللون القرنفلي اضف الى المحلول كمية اخرى من النشادر .

(يلاحظ انه بهذه الطريقة يفقد جزء من المحلول المراد تقديره عند اخذ هذه النقطة مرة او مرتين مما يؤدى الى نتيجة اقل دقة فى النهاية ، ويمكن الاستدلال على تحول الوسط الى الوسط القلوى باستخدام اوراق تقدير pH مثل عباد الشمس اوغيره)

(٧) سخن المحلول الى قرب الغليان .

(٨) املأ السحاحة بمحلول كرومات البوتاسيوم المعلومة القوة ، واضبطها على صفر التدريج .

(٩) نقط بمحلول كرومات البوتاسيوم على المحلول بالدورق المخروطى نقطة نقطـة ، لاحظ تكون راسب اصفر ، ضع الدورق من ان لاخر على النار الى درجة قرب الغليان ، ثم اتركه ساكن بعيدا عن النار حتى يرسب الراسب الى القاع ويروق المحلول ، لاحظ لون السائل الرائق ، تراه شـــفافـا .

(١٠) استمر فى المعايرة كما سبق حتى تحصل على سائل رائق فوق الراسب الاصفر يتحول الى اللون الاصفر الباهت بمجرد اضافة نقطة من محلول الكرومات .

(١١) احسب الحجم العيارى لكل من محلولى الكرومات وكلوريد الباريوم واحسب منها الحجم العيارى من كلوريد الباريوم الذى لزم لترسيب الكبريت . ومن ثم كمية الكبريت فى العينة .

النتائج

الحجم المستعمل من كلوريد الباريوم = مل

الحجم المستعمل من كرومات البوتاسيوم مل

الحجم العيارى من كلوريد الباريوم =

الحجم العيارى من الكرومات =

الحجم العيارى من كلوريد الباريوم الذى رسب الكبريت

=

كمية الكبريت فى العينة = × ١٦ = ملجم ٠

مثال

عينة مادة علف وزنها ٣ جم احرقت واستخلص رمادها بواسطة حمض ايدروكلوريك وكون محلول حجمه ١٠٠ مل من المستخلص، اخذ ٤٠ مل من هذا المستخلص لتقدير الكبريت بها ، اضيف اليها ٤٠ مل من كلوريد الباريوم الذى عياريته ٠٫٢ عيارى ولزم لمعادلة الزيادة من كلوريد الباريوم اضافة ٢٩ مل من كرومات البوتاسيوم الذى يعادل ٨ مل منه ١٠ مل من كلوريد الباريوم السابق ، احسب كمية الكبريت فى العينة بالملجم/جم ٠

الحل :

قوة الكرومات × حجمها = قوة كلوريد الباريوم × حجمها

قوة كرومات البوتاسيوم = $\frac{٠٫٢ \times ١٠}{٨}$ = ٠٫٢٥ عيارى

الحجم العيارى الذى عاير الزيادة من كلوريد الباريوم

= ٢٩ x ٠٫٢٥ = ٧٫٢٥ مل

الحجم العيارى المستخدم من كلوريد الباريوم = ٤٠ x ٠٫٢ = ٨ مل

الحجم العيارى من كلوريد الباريوم الذى رسب الكبريت = ٨ ــ ٧٫٢٥

= ٠٫٧٥ مل

حيث ان كل ١ مل عيارى كلوريد باريوم يعادل ١٦ ملجم كبريت

اذن وزن الكبريت فى الحجم المستخدم = ٠٫٧٥ x ١٦ = ١٢ ملجم

وزن الكبريت فى العينة كلها = $\frac{١٠٠}{٤٠}$ x ١٢ = ٣٠ ملجم

محتوى مادة العلف من الكبريت = $\frac{٣٠}{٣}$ = ١٠ ملجم/جم

مسائل

(١) عينة مادة علف وزنها ٢ جم ، احرقت واستخلص رمادها بالحمض ، اضيف الى المستخلص ٢٠ مل من كلوريد الباريوم الذى عياريته ٠٫١٢ فلزم من كرومات البوتاسيوم لمعادلة الزيادة ١٢ مل (٠٫١٥ عيارى) احسب كمية الكبريت ملجم / جم .

(٢) عينة من مادة علف وزنها ٥ جم ، احرقت واستخلص رمادها ، اضيف

الى المستخلص ٢٠ مل من كلوريد الباريوم الذى عيارته ٢٥ر٠ عيارى ،
فلزم للزيادة اضافة ٢٥ مل من كرومات البوتاسيوم التى كون محلولها
باذابة ١٫١٦٥٢ جم من كرومات البوتاسيوم فى ١٠٠ مل محلول ،
احسب محتوى المادة من الكبريت .

(٣) يلزم لاكسدة ٢٥ مل من كبريتات الحديدوز فى حمض الكبريتيك حجما قدره ٣١ر٢ مل من بيكرومات البوتاسيوم عياريتها (١ر٠) ، احسب كمية الماء التى تلزم اضافتها الى ٢٠٠ مل من المحلول المختزل لكى تصبح عياريته ٠٥ر٠ عيارى بالضبط .

(٤) فى تجربة لتقدير عيارية حمض الكبريتيك عولج ١٠ مل من الحمض بكثرة من كلوريد الباريوم وبعد الترشيح وفصل الراسب وايرائه وجد ان وزنه ٢٧٦٢ر٠ جم ، احسب عيارية الحمض .

(٥) عينة من كبريتات ذائبة وزنها ٥٥ر٠ جم تعطى راسبا من كبريتات الباريوم مع ١٥ مل نصف عيارى من كلوريد الباريوم ، ما هى النسبة المئوية للكبريت فى العينة .

(٦) ما هو حجم كلوريد الباريوم الذى عياريته ٢ر٠ عيارى اللازم لترسيب الكبريتات فى ٠ر٠ جم من كبريتات الصوديوم ، وما هو وزن كبريتات الباريوم الناتج .

(٧) اذا طلب منك تحضير محلول من كلوريد الباريوم بحيث يكون كل ١ مل مثلا ١ ملجم من ايون الكبريتات ، ما هو ($BaCl_2 \cdot 2H_2O$) فى اللتر من المحلول .

حــــل المســـــــائل

التمرين العملي السابع

تقدير الكالسيوم

المطلوب : تقدير كمية الكالسيوم فى مستخلص رماد العينة التى امامك .

الفكرة

يرسب الكالسيوم فى مستخلص الرماد بواسطة كمية زائدة من اكسلات الامونيوم ، حيث تتكون اكسلات الكالسيوم فى التفاعل التالى :

$$CaCl_2 + (NH_4)C_2O_4 \longrightarrow CaC_2O_4 + 2\,NH_4Cl$$

ترشح اكسلات الكالسيوم ثم يضاف اليها حمض الكبريتيك الساخن فتنفصل الاكسلات التى كانت مرتبطة مع الكالسيوم فى صورة حمض اكساليك وذلك تبعـــا للتفاعل التـــالى :

$$CaC_2O_4 + H_2SO_4 \longrightarrow CaSO_4 + H_2C_2O_4$$

يعاير حمض الاكساليك بواسطة محلول معلوم القوة من برمنجنات البوتاسيوم تبعا لمايلى :

$$5H_2C_2O_4 + H_2SO_4 + 2KMnO_4 \longrightarrow K_2SO_4 + 2\,MnSO_4 + 8\,H_2O + 10\,CO_2$$

الحساب

يمكن جمع المعادلات السابقة فى الصورة التالية :

$$5CaCl + 5(NH_4)_2C_2O_4 \longrightarrow 5CaC_2O_4 + 10NH_4OH$$

$$5CaC_2O_4 + 5H_2SO_4 \longrightarrow 5CaSO_4 + 5H_2C_2O_4$$

$$5H_2C_2O_4 + 3H_2SO_4 + 2KMnO_4 \longrightarrow K_2SO_4 + 2MnSO_4 + 8H_2O + 10CO_2$$

و لكن كل جزىء من الاكسلات كان مرتبطا مع ذرة كالسيوم
اذن كل ٢ جزىء من برمنجنات البوتاسيوم تعادل ٥ ذرات كالسيوم
و بالقسمة على ١٠ اذن :

كل $\frac{١}{٥}$ وزن جزيئى (مول) من البرمنجنات يعادل $\frac{١}{٢}$ وزن ذرى
ـ جرامى من الكالسيوم

و لما كان المكافىء لبرمنجنات البوتاسيوم فى الوسط الحمضى هو $\frac{١}{٥}$ المول

اذن المكافىء من البرمنجنات يعادل نصف المول من الكالسيوم
اى ان ١ لتر عيارى من البرمنجنات = ٢٠٫٠٤ جرام كالسيوم
اى ان ١ مل عيارى من البرمنجنات = ٢٠٫٠٤ ملجم كالسيوم

خطوات العمل

(١) انقل محتويات العينة كميا الى كأس سعة ٢٥٠ مل ، و خفف بالماء

المقطـر الى حوالى ١٠٠ مل ، ثم اضف الى محتويات الكأس نقطة من دليل احمر الميثيل (لاحظ لون المحلول) و سجله

(٢) اذا كان لون المحلول احمر او بعلى اضف نقطة من محلول النشادر حتى يصبح المحلول قلوى ، لاحظ تغير اللون الى اللون الاصفر .

(٣) اضف ١٠ مل من محلول كلوريد الامونيوم بالماصة ، ثم سخن المحلول قليلا الى بدء تصاعد الفقاقيع .

(٤) اضف بالماصة ٤٠ مل من محلول اكسلات الامونيوم نقطة نقطة ، مع التقليب المستمر (على ان تكون اكسلات الامونيوم ساخنة طوال الوقت)

(٥) اترك الكأس و به الراسب ساكن لمدة نصف ساعة على حمام كهربائى او رملى بحيث لا يحدث الغليان .

(٦) انقل الراسب كميـا الى ورقة الترشيح و استمر فى الغسيل حتى يخلو المترشح من اثار الكلوريد ، يكشف عنه بواسطة (نقطة من نترات الفضة مع حمض النيتريك) فى النقطة الاخيرة من المترشح .
(ماء الغسيل عبارة عن ٢٥ مل من محلول النشادر فى لتر ماء مقطر)

(٧) تخلص من المترشح و ضع تحت قمع الترشيح دورقا مخروطيا نظيفا .

(٨) اضف ٤٠ مل من حمض كبريتيك (١ ـ ٨) الساخن بماصـة على الراسب فوق ورقة الترشيح ، ثم اغسل ورقة الترشيح بماء مقطر سـاخن .

(٩) سخن محتويات الدورق قليلا (حوالى ٨٠ درجة) ثم عادل بمحلول برمنجنات البوتاسيوم معلومة القوة حتى تمام التعادل (يصبح اللون

وردي خفيف لا يزول بعد نصف دقيقة) .

(١٠) انقل ورقة الترشيح وضعها في الدورق المخروطي الساخن المتعادل فيه ، تلاحظ زوال اللون .

(١١) اعد التنقيط بمحلول برمنجنات البوتاسيوم حتى يعود اللون الوردي الخفيف مرة اخرى .

ملاحظة هامة : يجب ان تكون محتويات الدورق المخروطي ساخنة دائما ، و يكون نزول محلول المعايرة نقطة نقطة .

النتائج

حجم برمنجنات البوتاسيوم التى استخدمت = مل

قوة برمنجنات البوتاسيوم = عيارى

حجم البرمنجنات العيارية التى استخدمت = الحجم × القوة

= مل

كمية الكالسيوم = الحجم × ٠٢٠٫٠

= ملجم

مثال

اذا فرض ان عينة علف استخلصت بواسطة حمض الايدروكلوريك فاذا كان وزن العينة ٣ جم و لزم لمعايرة حمض الاكساليك المنطلق من اكسلات الكالسيوم

المرسبة من المستخلص ١٨ مل من محلول برمنجنات البوتاسيوم التى تحتوى على ٦٫٣٢ جم فى اللتر ، احسب النسبة المئوية للكالسيوم فى العينة ٠

الحـــل :

قوة محلول برمنجنات البوتاسيوم = ٦٫٣٢ / ٣١٫٦١ = ٢ر عيارى

الحجم العيارى من البرمنجنات الذى لزم لمعايرة الاكسلات = ١٨ × ٢ر٠
= ٦ر٣ مل

كمية الكالسيوم فى العينة = ٦ر٣ × ٠٤ر٢٠ = ١٤ر٧٢ ملجم

النسبة المئوية = ١٤ر٧٢ / ٣٠٠٠ × ١٠٠ = ٢٫٤ ٪

مسائل

(١) عندما احرقت عينة من الردة وزنها ٥ر٠ كجم وجد ان الرماد الناتج كان وزنه ٥٠ جم ، اذيب هذا المستخلص فى حمض ايد روكلوريك لعمل مستخلص فى ٢٥٠ مل ، ثم اخذ من هذا المستخلص ٥٠ مل ، وجد بعد الترسيب للكالسيوم منها انها احتاجت الى ٢٥ مل من برمنجنات البوتاسيوم التى يتفاعل ٥ مل منها مع ٢٠ مل من اكسلات الصوديوم (٢ر٠ عيارى) ، اوجد نسبة الكالسيوم فى كل من الرماد ومادة العلف الاصـــــلية ٠

(٢) عندما احرقت عينة وزنها ٥ر٠ كجم كان الرماد المتخلف ٥٠ جم اذيب فى حمض ايدروكلوريك وكون مستخلص حجمه ٢٥٠ مل ، اخذ من هذا المستخلص ٥٠ مل ، ووجد بعد ترسيب الكالسيوم انه يلزم اضافة ٢٥ مل من برمنجنات البوتاسيوم التى تعادل ٥٠ مل منها ٢٠ جرام من اكسلات الكالسيوم على صورة حمض اكساليك ، احسب نسبة الكالسيوم فى كل من الرماد والعينة .

(٣) يحتوى ٢٥٠ مل من ماء الشرب فى احواض الشرب باحدى المزارع على ٠٤٧٦ر٠ جم ايدروكسيد كالسيوم ، احسب كمية الكالسيوم فى ماء الشرب هذا مقدرا بجزء فى المليون .

(٤) فى المثال السابق احسب حجم برمنجنات البوتاسيوم التى تلزم لمعايرة حمض الاكساليك المنطلق من اكسلات الكالسيوم المترسبة نتيجة اضافة اكسلات الامونيوم الى ٤٠٠ مل من ماء الشرب واحسب ايضا كمية اكسلات الكالسيوم المتكونة .
(قوة البرمنجنات ١ر٠ عيارى)

(٥) اذا فرض ان عينة من مستخلص تحتوى على ٥ ملجم كلوريد كالسيوم فاحسب حجم اكسلات الامونيوم الذى يحتوى على ٤ جم من ($(NH_4)_2C_2O_4-H_2O$) فى ١٠٠ مل من المحلول اللازم لترسيب العينة .

(٦) ما هو حجم حمض الكبريتيك (كثافته ٢٤ر١ ويحتوى على ٣ر٣٢ ٪ حمض كبريتيك) اللازم لتحويل ٧٥ر٠ جم من $CaC_2O_4-H_2O$ الى $CaSO_4$

(٧) احسب حجم محلول اكسلات أمونيوم فيه ١ر٣٥ جم من
($(NH_4)_2C_2O_4-H_2O$) فى اللتر والذى يلزم لترسيب
الكالسيوم على صورة أكسلات كالسيوم من ١٢٤ر٠ جم من مادة
($Ca_3(PO_4)_2-CaCl_2$) .

(٨) محلول من حمض الكبريتيك مجهول القوة ، اضيف الى ٧٢٤٢ر٠
جرام من كربونات الكالسيوم التى درجة نقاوتها ٩ر٩١ ٪ ،
فاذا كان حجم الحمض المضاف ٣٠ مل ، وعودلت الزيادة بعد
الاضافة بواسطة ايدروكسيد الصوديوم فلزم منه ٢٧ر١٠ مل ، فاذا
كان ١ مل حمض تعادل ٠٢٤ر١ مل صودا كاوية ، احسب عيارية كل
من الحمض و القاعدة .

(٩) اذا رسب الكالسيوم على صورة أكسلات الكالسيوم (فى عينة) ثم رشح
و اذيب الناتج بواسطة حمض كبريتيك ، و اجريت المعايرة لحمض
الاكساليك الناتج بواسطة برمنجنات البوتاسيوم الذى عياريته ١٥ر٠
عيارى ، احسب ما يساويه ١ مل من البرمنجنات بالميللجرامات
من العينة اذا كانت العينة :

(أ) ايدروكسيد كالسيوم
(ب) اكسيد كالسيوم
(جـ) كربونات كالسيوم

(على فرض ان هذه المواد نقية تماما)

(١٠) ما هى النسبة المئوية لنقاوة عينة غير نقية من
اذا لزم لمعادلة ٢٠٠٣ر٠ جم منها حجما من برمنجنات البوتاسيوم
قدره ٣ر٣٩ مل ، علما بان ١ مل من البرمنجنات التى استخدمت

يعادل ٠٠١٢٣ر جم كالسيوم ٠

(١١) اذيبت وزنة من حمض الاكساليك مقدارها ٢٢٤ر٣ جم فى دورق معيارى سعته ٥٠٠ مل و لزم لمعايرة ٢٥ مل من هذا المحلـول ٢٢ر٢٢ مل من محلول برمنجنات البوتاسيوم الذى قوته ٢٢ر١ عيارى ، احسب نسبة حمض الاكساليك المئوية فى هذه الوزنه ٠

==================

حل المسائل

التمرين العملى الثامن

تقدير الفوسفور

المطلوب : تقدير كمية الفوسفور فى العينة التى امامك بالميللجرام •

الفكرة

لتقدير الفوسفور فى مستخلص رماد العلف اهمية كبيرة توازى تقدير الكالسيوم حيث انهما العنصران الاكثر اهمية فى التغذية العملية فى كل من الحيوان و الدواجن •

و يرسب الفوسفور بواسطة كمية زائدة من موليبدات الامونيوم فى وجود حمض النيتريك ، و محلول مركز من نترات الامونيوم ، فيتكون راسب من فوسفوموليبدات الامونيوم الاصفر اللون •

يرشح الراسب ثم يغسل بواسطة نترات البوتاسيوم (محلول من نترات البوتاسيوم ١ ٪) و بعد الغسيل الجيد يكون كل الفوسفور فى العينة اصبح فى صورة فسفوموليبدات امونيوم كما فى التفاعل التالى :

$$H_3PO_4 + 12(NH_4)_2MoO_4 \rightarrow (NH_4)_3PO_4{-}12MoO_3 + 21NH_4OH$$

يذاب الراسب بواسطة محلول ايدروكسيد الصوديوم المعروف القوة حسب التفاعل التالى :

$$(NH_4)_3PO_4\text{-}12MoO_3 + 23NaOH \longrightarrow NaNH_4NPO_4 + (NH_4)_2MoO_4 + 11NaMoO_4 + 11H_2O$$

تعاير الزيادة من ايدروكسيد الصوديوم بواسطة محلول حمضى معلوم القوة باستعمال دليل الفينول فيثالين كما فى التفاعل التالى :

$$NaOH + HCl \longrightarrow NaCl + H_2O$$

الحساب

يتضح من المعادلات السابقة ان الوزن الذرى الجرامى (المول) من الفوسفور يعادل ٢٣ وزن مكافئ من ايدروكسيد الصوديوم .

اى ان ١ لتر عيارى من ايدروكسيد الصوديوم يعادل $\frac{٣٠٫٩٧}{٢٣}$ جرام من الفوسفور . اى ان ١ مل عيارى من الصودا = ١٫٣٥ ملجم فوسفور .

خطوات العمل

(١) انقل محتويات العينة نقلا كميا فى كأس نظيف وضع عليها ١٠ مل من حمض النيتريك المركز .

(٢) خفف بالماء المقطر حتى حجم ١٥٠ مل تقريبا .

(٣) اضف ٤٠ مل من نترات الامونيوم تركيز ٧٥ ٪ .

(٤) سخن محتويات الكأس حتى درجة ٦٥ درجة مئوية تقريبا

(٥) سخن ٤٠ مل من محلول موليبدات الامونيوم ، ثم اضفها نقطة نقطة وهى ساخنة الى محتويات الكأس الساخنة بالتقليب المستمر بواسطة قضيب زجاجى ، تلاحظ تكون راسب اصفر من فوسفوموليبدات الامونيوم

(٦) قلب بواسطة القضيب الزجاجى لمدة دقيقة ثم ضع الكأس فى حمام مائى على درجة ٦٥ درجة مئوية لمدة نصف ساعة ، تلاحظ زيادة حجم بلورات فوسفوموليبدات الامونيوم الصفراء وترسبها فى قاع الكأس .

(٧) رشح محتويات الكأس باستخدام قمع ترشيح واستقبل المترشح فى دورق مخروطــــى ، اغسل الراسب جيدا وكذلك الكأس بواسطة محلول ١ ٪ من نترات البوتاسيوم ، وذلك حتى تكون اخر نقطة من ماء الغسيل النازل من القمع متعادلة (اكشف عنها بواسطة ورقة عباد الشمس البنفسجية ، لا يتغير لونها الى اللون الاحمر) .

(٨) ابعد الدورق ثم اغسل الراسب بواسطة كمية مناسبة من ايدروكسيد الصوديوم ١ر٠ عيارى (حتى تمام ذوبان الراسب الاصفر) واحسب حجم ايدروكسيد الصوديوم المستخدم .

(٩) اغسل ورقة الترشيح بالماء المقطر .

(١٠) ضع ٥ نقط من الفينول فيثالين الى الكأس ، تلاحظ تكون لون احمر قرنفلى .

(١١) نقط عليه بواسطة حمض كبريتيك معروف القوة حتى زوال اللون القرنفلى واحسب حجمــــه .

النتائج

حجـــم ايد روكسيد الصوديوم المستخدم = مل

قوة ايد روكسيد الصوديوم = عيارى

حجم الحمض المستخدم = مل

قوة الحمض المستخدم = عيارى

حجم ايد روكسيد الصوديوم العيارى المستخدم =

حجم الحمض العيارى الذى عادل الزيادة =

حجم ايد روكسيد الصوديوم الذى اذاب الراسب =

كمية الفوسفور = × ١٫٣٥ = ملجم

مثـــــال

مادة علف جافة وزنها ٣ جم ، احرقت واستخلص رمادها ، وخفف الى ١٠٠ مل ، اخذ من هذا المستخلص المخفف ١٠ مل لتقدير الفوسفور حيث رسب الفوسفور بواسطة كمية زائدة من موليبدات الامونيوم ثم اذيب الراسب بواسطة محلول من ايد روكسيد الصوديوم حجمه ٤٠ مل اذيب فى اللتر منه ٥٫٣ جم من الصودا الكاوية النقية بالضبط ، ولزم لمعايرة الزيادة من الصودا الكاوية ٢٠ مل من حمض يعادل ١ مل منه ٥ ملجم من كربونات الصوديوم النقية ، احسب كمية الفوسفور فى كل جرام من العينة بالمليجرام .

الحـــــل :

قوة الحمض المستخدم فى المعايرة = $\frac{٥}{٥٣}$ = ٠٫٠٩٤ عيارى

الحجم العيارى من الحمض المستخدم = ٢٠ x ٠٫٠٩٤ = ١٫٨٩ مل

قوة محلول الصودا الكاوية المستخدمة فى الاذابة

= $\frac{٣٫٥}{٤٠}$ = ٠٫٠٨٧٥ عيارى

الحجم العيارى المستخدم من الصودا الكاوية = ٤٠ x ٠٫٠٨٧٥

= ٣٫٥ مل

الحجم العيارى من الصودا الكاوية الذى لزم لاذابة الفوسفوموليبدات

= ٣٫٥ ـ ١٫٨٩ = ١٫٦١ مل

كمية الفوسفور فى الحجم المستعمل من المستخلص= ١٫٦١ x ١٫٣٥

= ٢٫١٧٣٥ ملجم

كمية الفوسفور فى العينة كلها = ٢٫١٧٣٥ x $\frac{١٠٠}{١٠}$

= ٢١٫٧٣٥ ملجم

محتوى مادة العلف من الفوسفور = $\frac{٢١٫٧٣٥}{٣}$ = ٧٫٢٤٥ ملجم/جم

مسائل

(١) مستخلص مادة غذائية ، رسب الفوسفور فيها ثم اذيب فى ٥٠ مل من الصودا الكاوية الذى يعادل كل ٥ مل منها ٧ مل من الحمض المستخدم فى المعايرة العكسـية ، فاذا لزم لمعايرة الزيادة من القلوى فى المعايرة العكسية ٣٥ مل وقد لزمت من هذا الحمض

نفس الكمية لمعادلة ١٠ر٠ من الوزن الجزيئي لكربونات الصوديوم ،
احسب كمية الفوسفور في المستخلص ٠

(٢) ١٠ مل من حمض الارثوفوسفوريك كثافته ٧ر١ وتركيزه ٨٥٪ ،
احسب كم مل من الصودا الكاوية ١ر٠ عياري يلزم لاذابة راسب
الفوسفوموليبدات المتكون منه ٠

\-

حــــل المســـائل

التمرين العملى التاسع

تقدير الكلوريد

بطريقة موهر

المطلوب : تقدير الكلور فى العينة التى امامك بطريقة موهر

الفكرة

من المعروف ان التفاعلات بين محاليل الاملاح تكون نتيجة تبادل ايوناتها ، واحيانا يكون الناتج ملحا ذائبا واحيانا اخرى يكون الملح الناتج من التفاعل غير ذائب مثل كلوريد الصوديوم معنترات الفضة كما فى المعادلة التالية :

$$NaCl + AgNO_3 \longrightarrow AgCl + NaNO_3$$

وفى حالة النواتج الذائبة فان المحلول يحتوى على اربعة ايونات متساوية الكمية ، وفى الحالة الثانية فان المحلول يحتوى على ايونين سائدين فقط ومتساويين اما الايونين الاخرين فانهما يكونان ملحا راسبا يخرج المعظم من هذين الايونين من التفاعل ولا يبقى الا كمية قليلة جدا وهى ما يعرف بحاصل الاذابة لهذا الملح .

وبذلك يمكن الاعتماد على هذه الحقيقة فى تكوين الرواسب الغير ذائبة فى عمليات التحليل الحجمى حيث ان التفاعل السابق يمكن تحقيقه حجميا ، وعادة ما تستخدم نترات الفضة لتقدير املاح الكلوريدات ، وكلوريد الصوديوم لتقدير املاح الفضة ، وفى هذه الحالات تستخدم ادلة تكون راسبا ايضا

ذو لون مع المادة المرسبة ، ولكن يجب ان يكون الراسب الخاص بالدليل ذو قوة ذوبان اكبر من حاصل اذابة الملح المكون من الملح الاصلى ، وهناك عدة طرق لتقدير الكلوريدات اعتمادا على هذه الفكرة مثل :

طريقة موهر ، وطريقة فلهارد ، وطريقة ادلة الامتزاز ، وطريقة التعكير .

وفى طريقة موهر تستخدم كرومات البوتاسيوم كدليل ، وهذه الطريقة تناسب الوسط القلوى الضعيف او المتعادل ، وعند اضافة محلول نترات الفضة الى محلول الكلوريد الذى يحتوى على قطرتين او ثلاث من كرومات البوتاسيوم يلاحظ ترسب كل من كلوريد الفضة (ابيض) وكرومات البوتاسيوم (احمر بنى) ولكن لما كان كلوريد الفضة اقل ذوبانا من كرومات الفضة فانه يترسب اولا — وباستمرار اضافة محلول نترات الفضة من السحاحة يترسب كلوريد الفضة قبل كرومات الفضة ولكن عندما ينتهى الترسيب لجميع ايونات الكلوريد على صورة كلوريد فضة فان اضافة قطرة اخرى من محلول نترات الفضة تعطى راسبا احمر بنى من كرومات الفضة ، ويمكن بواسطة التغيير الحادث فى اللون تحديد نقطة النهاية ، وفى مثل هذه الطريقة لابد ان تتم فى وسط متعادل او قلوى خفيف ، نظرا لان كرومات الفضة تذوب فى المحاليل الحمضية (اى ان حاصل اذابتها كبير فى الوسط الحمضى) كما ان الراسب يتكون من اكسيد الفضة بالاضافة الى كلوريد الفضة مما يؤدى الى نتائج خاطئة فى كلتا الحالتيـــن .

الحساب

بما ان الوزن المكافىء من نترات الفضة يكافىء الوزن المكافىء من الكلوريد

١ لتر عيارى من نترات الفضة = ٣٥٫٤٦ جم من الكلور

١ مل عيارى من نترات الفضة = ٣٥٫٤٦ ملجم من الكلور

خطوات العمل

(١) انقل محتويات العينة فى دورق مخروطى نقلا كميا ، واكمل الحجم الى ١٠٠ مل بالماء المقطر .

(٢) اضف ٤ قطرات من محلول كرومات البوتاسيوم .

(٣) املأ السحاحة بمحلول نترات الفضة معلومة القوة ، ثم نقط على العينة حتى ظهور اللون الاحمر .

(٤) احسب الحجم العيارى من نترات الفضة المستخدمة .

(٥) اجرى تجربة تصحيح (بلانك) كالتالى :

تأخذ دورق مخروطى وتضع فيه مقدار حجم العينة من الماء المقطر وتضع فيه ٤ قطرات من كرومات البوتاسيوم و تنقط عليه من نترات الفضة حتى ظهور لون يماثل لون المعايرة فى العينة .

(٦) تخصم كمية النترات فى البلانك من تلك المستخدمة فى معايرة العينة

النتائج

حجم نترات الفضة المستخدمة فى المعايرة = مل

قوة نترات الفضة = عيارى

حجم نترات الفضة فى تجربة البلانك = مل

حجم نترات الفضة التى عايرت الكلوريد =

الحجم العيارى لنترات الفضة =

كمية الكلوريد فى العينة = × ٣٥٫٤٦ = ملجم

مثـــال

=====

ما هو حجم محلول نترات الفضة الذى تبلغ عياريته ١٢٣٣ر٠ عيارى اللازم لترسيب الكلوريد من عينة من ملح الطعام وزنها ٢٢٨ر٠ جم ، ونقاوتها ٢١ر٩٩ فى المئة ، علما بان العينة لا تحتوى على اى هاليد اخر ٠

الحـــل :

=======

وزن كلوريد الصوديوم فى العينة = ٢٢٨ر٠ × $\frac{٩٩٫٢١}{١٠٠}$

= ٢٢٦٢ر٠ جم

وزن الكلور فى العينة = $\frac{٠٫٢٢٦٢ \times ٣٥٫٤٦}{٥٨٫٤٦}$

= ١٣٧٢ر٠ جم = ٢ر١٣٧ ملجم

الحجم العيارى من نترات الفضة

= $\frac{١٣٧٫٢}{٣٥٫٤٦}$ = ٣٫٨٦٩٣ مل

الحجم من المحلول المستخدم = $\frac{٣٫٨٦٩٣}{٠٫١٢٣٣}$ = ٣١ر٣٨ مل

===============

التمرين العملى العاشر

تقدير الكلوريد

بطريقة فلهارد

المطلوب : تقدير الكلوريد فى العينة التى امامك بطريقة فلهارد

الفكرة

يقدر الكلوريد فى الوسط الحمضى باستخدام كمية زائدة من نترات الفضة لترسيب الكلوريد على صورة كلوريد فضة ثم تعاير الكمية الزائدة من نترات الفضة بواسطة محلول معلوم القوة من ثيوسيانات البوتاسيوم •

$$AgNO_3 + NH_4NCS \longrightarrow AgNCS + NH_4NO_3$$

ويستخدم الشب الحديدى كدليل للتعرف على نقطة انتهاء التفاعل السابق ففى وجود شب الحديديك $Fe_2(SO_4)_3\text{-}(NH_4)_2SO_4\text{-}24H_2O$ يتكون راسب احمر من ثيوسيانات الحديديك بعد انتهاء ترسيب راسب ثيوسيانات الفضة •

$$6NH_4NCS + Fe_2(SO_4)_3\text{-}(NH_4)_2SO_4 \longrightarrow 2Fe(NCS)_3 + 4(NH_4)_2SO_4$$

وتستخدم هذه الطريقة ايضا فى تقدير البروميدات واليوديدات ايضا •

الحساب

كما فى طريقة موهر (١ مل عيارى من نترات الفضة يعادل ٣٥٫٤٢ ملجم كلور)

خطوات العمل

(١) انقل العينة نقلا كميا الى دورق مخروطى سعة ٢٥٠ مل ثم خفف بالماء المقطـــــر حتى حجم ١٠٠ مل تقريبا ٠

(٢) اضف ٥ مل من حمض نيتريك مركز ، ثم رسب الكلوريد باضافة ٤٠ مل من نترات الفضة معلومة القوة نقطة نقطة ٠

(٣) اغلى المحلول حوالى ٥ دقائق حتى يتجمع راسب الكلوريد لان وجود راسب كلوريد الفضة فى السائل يؤخر ظهور راسب ثيوسيانات الحديديك فى الوقت المناسب ٠

(٤) برد الدورق المخروطى واضف اليه ٢ ــ ٥ مل من محلول شـــب الحديديك ($Fe_2(SO_4)_3-(NH_4)_2SO_4$)

(٥) اغسل سحاحة واملأها بمحلول ثيوسيانات الامونيوم معلوم القوة

(٦) نقط على الدورق من السحاحة حتى ظهور اللون الاحمر الطوبى الثابت٠

(٧) احسب الحجم العيارى من كل من نترات الفضة و ثيوسيانات الامونيوم المستخدمة

(٨) من المكن اجراء تجربة تصحيح (بلانك) كما فى طريقة موهر ٠

النتائج

حجـــم نترات الفضة المستخدم = مل

قوة نترات الفضة = عيارى

حجم ثيوسيانات الامونيوم فى المعايرة = مل

قـــوة ثيوسيانات الامونيوم = عيارى

حجم نترات الفضة العيارى المستخدم = الحجم x القـوة

=

حجـــم ثيوسيانات الامونيوم العيارى = الحجم x القوة

=

حجـــم نترات الفضة التى رسبت الكلوريد =

=

كمية الكلوريد فى العينـــة = x ٣٥٫٤٦

= ملجم

مثـــال

=====

عينة مـن مادة علف وزنها ٢٫٠٥٨ جم احرقت واستخلص رمادها بحمض نيتريك و خفف المستخلص و رسب الكلوريد فيه بواسطة ٤٠ مل من نترات الفضة قوتها ٠٫٠٥ عيارى و لزم لمعايرة الزيادة من نترات الفضة ١٧ مل من محلول عشر عيارى من ثيوسيانات الامونيوم ، احسب كمية الكلور فى المستخلص و نسبته المئوية فى العينة ٠

الحـــل :

========

الحجم العيارى من نترات الفضة المستخدمة = ٤٠ x ٠٫٠٥ = ٢ مل

الحجم العيارى من ثيوسيانات الامونيوم التى عايرت الزيادة من نترات الفضة

= ١٧ x ٠٫١ = ١٫٧ مل

الحجم العيارى من نترات الفضة التى عايرت الكلوريد = ٢ ــ ١٫٧ = ٠٫٣ مل

كمية الكلوريد فى العينـــة = ٣ر٠ × ٤٦ر٣٥ = ٦٣٨ر١٠ ملجم

النسبة المئوية للكلوريد فى العينة = $\frac{١٠٠ \times ١٠٫٦٣٨}{٢٠٥٨}$ = ٥٢ر٠ ٪

مسائل

(١) ما هو حجم نترات الفضة ١ر٠ عيارى اللازمة لترسيب الكلوريد فى ٥ر٠ جرام من ملح الطعام النقى ٠

(٢) ما هو حجم نترات الفضة ١ر٠ عيارى الذى يمكن الحصول عليه من ١٠ جم من كلوريد الفضة ٠

(٣) ما هى عيارية نترات الفضة حتى يعادل كل ١ مل منها ١ ملجم من كلوريـــد الصوديوم ٠

(٤) اذا كانت الردة لا تزيد نسبة الكلور بها عن جزء من الالف ، فاذا علمت ان : اخذت عينة من رسالة من الردة الجافة وزنها ٢٠ جم احرقت واذيب مستخلصها فى حمض نيتريك ثم رسبت بمحلول من نترات الفضـة قوته ١رع وحجمه ٤٠ مل ، فلزم ٢٠ مل من محلول ثيوسيانات الامونيوم قوته ٠٨ر٠ عيارى لمعادلة الزائد من النترات ، فهل هذه الرسالة محتوية على شوائب كلوريدية ام لا ، وما هى نسبة هذه الشوائب فى صورة ملح الطعـــام ٠

(٥) ما هو حجم محلول نترات الفضة الذى يحتوى على ٢ جم فضة فى اللتر اللازم لترسيب الكلوريد والبروميد فى ٥ر٠ جم من مخلوط يحتوى على ٦٠ ٪ كلوريد صوديوم ، ٤٠ ٪ بروميد صوديوم ٠

الاوزان الذرية للعناصر

الوزن الذرى	الرمز		الاسم
26.98	Al	Aluminum	الومنيوم
121.76	Sb	Antimony	انتيمون
74.91	As	Arsenic	زرنيخ
137.36	Ba	Barium	باريوم
209.00	Bi	Bismuth	بزموت
10.82	B	Boron	بورن
79.92	Br	Bromine	بروم
112.41	Cd	Cadmium	كادميوم
132.91	Cs	Casium	سيزيوم
40.08	Ca	Calcium	كالسيوم
12.01	C	Carbon	كربون
35.46	Cl	Chlorine	كلور
58.94	Co	Cobalt	كوبلت
63.54	Cu	Copper	نحاس
19.00	F	Fluorine	فلور
197.00	Au	Gold	ذهب
1.01	H	Hydrogen	ايدروجين
126.91	I	Iodine	يود

الاســــــــم		الرمز	الوزن الذرى
حــــديد	Iron	Fe	55.85
رصـــاص	Lead	Pb	207.21
ليثيـــوم	Lithium	Li	6.94
ماغنسيوم	Magnesium	Mg	24.32
منجنيــز	Manganese	Mn	54.94
زئبـــق	Mercury	Hg	200.61
موليبدنيوم	Molybodenium	Mo	95.95
نيكـــل	Nickel	Ni	58.71
نيتروجين (ازوت)	Nitrogen	N	14.01
اكسـجين	Oxygen	O	16.00
بلاديـوم	Palladium	Pd	106.40
فوسـفور	Phosphorus	P	30.98
بلاتيـــن	Platinium	Pt	195.09
بوتاسيـوم	Potassium	K	39.10
راديـــوم	Radium	Ra	226.05
سيلنيـوم	Selenium	Se	78.96
ســيلكون	Silicon	Si	28.09
فضـــة	Silver	Ag	107.88
صـوديوم	Sodium	Na	22.99
سترانشيوم	Strontium	Sr	87.63
كبريـــت	Sulpher	S	32.07

الاســــــــم		الرمز	الوزن الذرى
قصــــدير	Tin	Sn	118.70
تيتـانيوم	Titanium	Ti	47.90
تنجستين	Tungsten	W	183.86
يورانيــوم	Uranium	U	238.07
فانــديوم	Vandium	V	50.95
زنك (خارصين)	Zinc	Zn	65.38
كــروم	Chrmium	Cr	52.01

رقم الايداع
بدار الكتب والوثائق المصرية
٨٤١٠/ ١٩٩٠

ملتزم الطبع والنشر
دار الهدى للتأليف والنشر والتوزيع
عزبة النخل ـ القاهرة